

Sovia Lenny dkk
Kimia F-MIPA USU

ISOLASI SENYAWA ALKALOID DARI DAUN SIDAGURI (*Sida rhombifolia* L.)

ISOLATION OF ALKALOID COMPOUND FROM SIDAGURI (*Sida rhombifolia* L.) LEAVES

Sovia Lenny, Tonel Barus dan Evi Yoana Sitopu

Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sumatera Utara Medan
Jl. Bioteknologi No. 1 Kampus USU Padang Bulan Medan 20155

Abstract

The secondary metabolite compound was isolated from sidaguri (*Sida rhombifolia* L.) leaves. The diethylether extract was subjected to a column chromatography with a mixture of chloroform:methanol (7:3) was obtained as amorf (59 mg). The FT-IR and ¹H-NMR spectrum indicated the isolated compound was alkaloid compound.

Keywords : Sidaguri (*Sida rhombifolia* L.), column chromatography, alkaloid

A. PENDAHULUAN

Bahan-bahan alam hayati yang berasal dari tumbuh-tumbuhan, hewan dan mikroorganisme telah digunakan oleh umat manusia untuk memenuhi berbagai keperluan hidup, seperti pangan, sandang, papan, energi, wangi-wangian, zat warna, insektisida, herbisida dan obat-obatan (Achmad, 2000). Umumnya tumbuhan-tumbuhan digunakan oleh masyarakat sebagai bahan obat-obatan tradisional yang lazim disebut sebagai jamu-jamuan. Perkembangannya dapat dikatakan sangat lambat apabila dibandingkan dengan obat modern yang dihasilkan oleh industri farmasi yang berkembang sangat pesat sejalan dengan kemajuan dibidang kesehatan (Anonim, 1989).

Salah satu sumber tumbuhan obat adalah tumbuhan yang berasal dari hutan tropis. Sekitar 80% sumber tumbuhan obat ditemukan di hutan tropis Indonesia dan 25.000 - 30.000 spesies merupakan jenis tumbuhan berbunga. Indonesia merupakan pusat *biodiversity* terbesar kedua didunia (Handa et al., 2006).

Keanekaragaman hayati (*biodiversity*) dapat diartikan sebagai keanekaragaman kimiawi (*Chemodiversity*) yang merupakan keanekaragaman senyawa-senyawa metabolit sekunder. Sumber alam hayati ini adalah keunikan, keunggulan dan harta bangsa Indonesia yang harus dimanfaatkan untuk meningkatkan kesejahteraan umat manusia melalui penyediaan bahan-bahan kimia yang khas Indonesia yang berguna dalam bioindustri, agroindustri dan industri lainnya (Achmad, 2000).

Senyawa metabolit sekunder mempunyai lebih dari satu gugus fungsi sehingga tumbuhan tersebut menunjukkan banyak kegunaan dan bioaktivitas karena dapat berinteraksi dengan lebih dari satu molekul target. Senyawa metabolit sekunder yang terdapat pada makhluk hidup khususnya tumbuhan merupakan ciri adaptasi yang dibentuk atau dimodifikasi oleh seleksi

alam selama evolusi. Menurut analisis filogenetik dan sistematik yang didasarkan pada karakter makroskopi dan mikroskopi menyatakan bahwa senyawa metabolit sekunder yang terdapat dalam satu anggota famili tumbuhan mempunyai struktur senyawa yang hampir sama (Wink, 2003).

Salah satu senyawa metabolit sekunder adalah senyawa alkaloid dengan berbagai keanekaragaman struktur, penyebarannya dialam serta mempunyai aktivitas biologisnya yang sangat penting. Alkaloid adalah senyawa siklik yang mengandung atom nitrogen yang penyebarannya terbatas pada organisme hidup. Efek fisiologis yang kuat dan selektifitas senyawa alkaloid menyebabkan senyawa alkaloid tersebut sangat bermanfaat dalam hal pengobatan (Marek, 2007).

Sesuai dengan perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi khususnya dibidang kimia dan farmasi, telah mendorong para peneliti untuk menggali potensi hutan Indonesia, penelitian dan percobaan ilmiah dibidang ini semakin mendapat perhatian. Disamping itu, penelitian bermanfaat untuk mencari alternatif dalam hal pengadaan bahan baku obat, validasi tumbuhan obat tradisional dan mencari senyawa baru yang dapat dimanfaatkan sebagai model.

Tumbuhan sidaguri (*Sida rhombifolia* L.) termasuk dalam famili malvaceae yang merupakan perdu tegak bercabang dengan tinggi mencapai 2 m dengan cabang kecil berambut rapat dan menurut uji fitokimia tumbuhan ini mengandung senyawa alkaloid. Tumbuhan ini banyak digunakan oleh masyarakat untuk mengatasi influenza, demam, radang amandel, radang usus, disentri, sakit kuning, malaria, batu aluran kencing, cacingan, terlambat haid, sariawan, bisul dan digigit serangga. Akar dan kulit batang sidaguri sangat kuat sehingga dipakai untuk pembuatan tali (Dalimarta, 2003).

Dalam tulisan ini akan dilaporkan tentang cara isolasi dan identifikasi senyawa alkaloid dari daun sidaguri (*Sida rhombifolia* L.) dan diharapkan dapat diketahui jenis senyawa alkaloid yang terdapat dalam tumbuhan tersebut serta kemungkinan pemanfaatannya sebagai sumber obat.

B. METODOLOGI PENELITIAN

2.1 Alat dan Bahan

2.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan terdiri atas berbagai peralatan gelas laboratorium, alat destilasi, bejana maserasi, kolom kromatografi, corong pisah, neraca analitik, spektroskopi FT-IR, spektroskopi ¹H-NMR.

2.1.2 Bahan

Bahan dasar yang digunakan adalah daun sidaguri (*Sida rhombifolia* L.). Bahan kimia yang digunakan adalah metanol, etilasetat, n-heksana, dietil eter, kloroform, HCl 2 M, NH₄OH pekat, reagent Mayer, reagent Wagner, reagent dragendorf, silika gel Merck GF₂₅₄ untuk kromatografi lapis tipis, silika gel 60 (70-230 mesh, E.Merck) untuk kromatografi kolom.

2.2 Prosedur Penelitian

a. Uji Skrining Fitokimia

Untuk mengetahui adanya senyawa alkaloid yang terdapat dalam daun sidaguri (*Sida rhombifolia* L.), maka dilakukan uji pendahuluan penapisan golongan kimia ekstrak daun tersebut (Soetarno dan Soediro, 1997; Depkes RI, 2000) yaitu :

Uji Alkaloid

- Dengan plat KLT, dimana pada plat ditotolkan ekstrak, lalu disemprotkan dengan reagen Dragendorf. Apabila ada noda yang naik dan memberikan perubahan warna menjadi orange atau merah, diduga positif alkaloid.
- Dengan metoda "Culvenor Fitzgerald", daun segar sebanyak 4 gram dirajang halus, dibasahi dengan sedikit alkohol, kemudian ditambahkan sedikit pasir lalu digerus. Ditambahkan 10 ml kloroform amoniak 0,05 N, digerus lagi. Disaring dengan kapas, lalu diambil dengan pipet dan dimasukkan kedalam tabung reaksi besar, ditambahkan 5 ml asam sulfat 2 N lalu dikocok. Lapisan asam diambil dan dimasukkan kedalam tabung reaksi lalu ditambahkan satu tetes reagen Mayer. Apabila terbentuk endapan putih berarti positif alkaloid.

b. Ekstraksi dan Fraksinasi

Ekstraksi dilakukan dengan cara maserasi dimana serbuk daun sidaguri (*Sida rhombifolia* L.) sebanyak 1 kg dimaserasi dengan metanol (3 x 5L) pada temperatur kamar dan disaring lalu pelarut diuapkan dari ekstrak metanol dengan *rotary evaporator* sehingga diperoleh ekstrak pekat metanol. Terhadap ekstrak metanol ini dilakukan partisi cair-cair dengan n-heksana. Masing-masing ekstrak dipekatkan kembali dengan *rotary evaporator* sehingga diperoleh residu kering dan dilanjutkan dengan uji skrining fitokimia. Ekstrak metanol ditambahkan HCl 2M

hingga mencapai pH 2 dan didiamkan selama 24 jam, kemudian dicuci dengan dietileter. Selanjutnya ditambahkan NH₄OH pekat sampai pH 9-10, diekstraksi dengan dietileter dan ekstrak dietileter tersebut diuapkan pelarutnya sehingga diperoleh ekstrak pekat dietileter.

c. Pemisahan dan Pemurnian

Dari hasil skrining fitokimia dengan menggunakan reagent Mayer dan reagent Dragendorf terhadap ekstrak dietileter daun sidaguri (*Sida rhombifolia* L.) menunjukkan bahwa daun tumbuhan tersebut mengandung senyawa alkaloid.

Ekstrak pekat dietileter yang mengandung senyawa alkaloid kemudian dipisahkan dengan menggunakan kromatografi kolom. Sebelum dilakukan kromatografi kolom, terlebih dahulu terhadap fraksi dietileter tersebut dilakukan uji Kromatografi Lapisan Tipis (KLT) analitik untuk menentukan jenis eluen yang memiliki pola pemisahan paling baik yang akan digunakan pada kromatografi kolom.

Komposisi pelarut ditentukan berdasarkan pendekatan KLT. Isolasi senyawa alkaloid dari daun sidaguri dilakukan dengan metoda kromatografi kolom menggunakan silika gel 60 sebagai fasa diam dan kloroform : metanol sebagai fasa gerak berdasarkan teknik "step gradient polarity" (SGP). Eluen yang digunakan adalah kloroform : metanol dengan nilai perbandingan sebagai berikut (90:10; 80:20; 70:30; 60:40; 40:60). Eluen ditampung dalam botol vial 5 ml dan dianalisis dengan KLT. Fraksi-fraksi yang memiliki spot dengan nilai R_f yang sama digabung dan pelarutnya diuapkan, selanjutnya dilakukan pemurnian.

d. Karakterisasi Senyawa Hasil Isolasi

Terhadap senyawa hasil isolasi yang telah murni dilakukan analisis dengan menggunakan spektrofotometer FT-IR dan ¹H-NMR.

C. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil maserasi 1 kg serbuk daun sidaguri (*Sida rhombifolia* L.) dengan pelarut metanol didapatkan ekstrak kasar metanol sebanyak 120 gram, berbentuk cairan kental. Ekstrak metanol ini dipartisi dengan campuran pelarut n-heksana dan air dengan perbandingan n-heksana:air (1:1). Hal ini dilakukan untuk memisahkan senyawa-senyawa polar dan senyawa non polar. Masing-masing ekstrak dipekatkan dengan *rotary evaporator* sehingga diperoleh ekstrak pekat metanol sebanyak 73 gram setelah diekstraksi dengan dietileter maka diperoleh ekstrak pekat dietileter sebanyak 45 gram.

Berdasarkan uji KLT terhadap ekstrak dietileter maka didapatkan pola pemisahan yang paling baik adalah kloroform : metanol dengan perbandingan (7:3). Tujuan dari mendapatkan identitas noda dengan harga R_f pada uji KLT adalah untuk mencari pelarut yang akan digunakan pada kromatografi kolom (Markham, 1988).

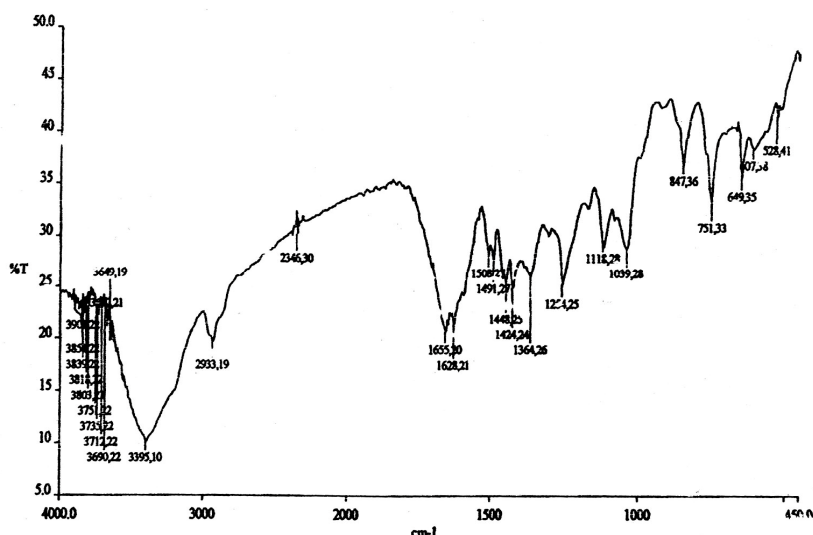
Isolasi senyawa alkaloid dari daun sidaguri dilakukan dengan metoda kromatografi kolom menggunakan silika gel 60 sebagai fasa diam dan kloroform : metanol sebagai fasa gerak berdasarkan teknik "step gradient polarity" (SGP) agar senyawa-senyawa terpisah berdasarkan derajat kepolarannya.

Hasil kromatografi kolom diperoleh sebanyak 117 fraksi, kemudian dilakukan penggabungan fraksi-fraksi berdasarkan uji KLT dengan melihat nilai Rf. Fraksi-fraksi yang memiliki spot dengan nilai Rf yang sama digabung sehingga didapat 5 fraksi dan pelarutnya diuapkan.

Dari kelima fraksi tersebut dilakukan skrining fitokimia dan fraksi 2 dan 4 menunjukkan hasil positif mengandung senyawa alkaloid. Dalam penelitian ini hanya fraksi 2 yang dilakukan analisis lebih lanjut.

Terhadap fraksi 2 tersebut dilakukan pemurnian dan diperoleh padatan berwarna kecoklatan sebanyak 59 mg. Berdasarkan hasil uji kelarutan senyawa ini memiliki kelarutan yang besar dalam kloroform dan dari hasil KLT dengan menggunakan penampak noda reagent dragendorff diperoleh noda tunggal.

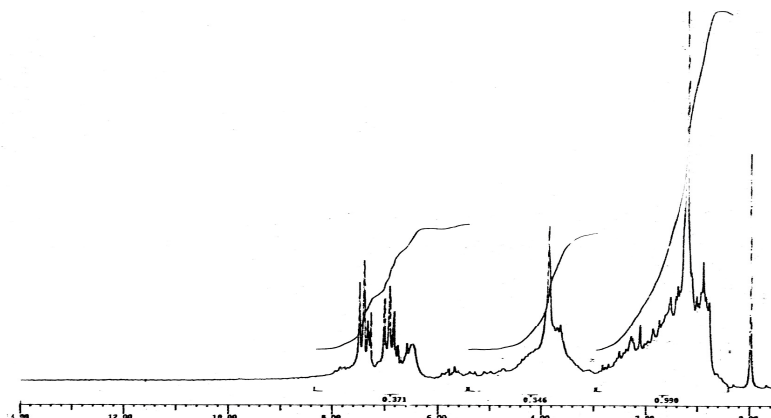
Analisis spektrum FT-IR senyawa hasil isolasi (Gambar 1) menunjukkan adanya vibrasi ulur N-H pada bilangan gelombang $3395,10\text{ cm}^{-1}$ dengan pita serapan yang tajam dan vibrasi regang N-H pada $1508,27\text{ cm}^{-1}$. Hal ini didukung oleh spektrum $^1\text{H-NMR}$ (Gambar 2) yang menunjukkan adanya satu puncak melebar pada pergeseran kimia δ 6,47-6,50 ppm yang diduga merupakan gugus NH pada inti piperidin (Sastrohamidjojo, 1994).



Gambar 1. Spektrum FT-IR senyawa hasil isolasi

Pergeseran kimia pada daerah δ 6,80-7,01 ppm, δ 7,40-7,49 ppm menunjukkan adanya proton dari cincin aromatis yang terikat pada cincin heterosiklik (Chamberlain, 1974) yang didukung oleh pita serapan spektrum IR pada bilangan gelombang

$1628,21$ dan $1491,27\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi $\text{C}=\text{C}$ aromatik dan pada pergeseran kimia δ 3,88 ppm terdapat puncak singlet yang diduga dari proton gugus O-CH_3 yang posisinya pada senyawa alkaloid hasil isolasi belum dapat dipastikan (Jacobs, 1974).



Gambar 2. Spektrum $^1\text{H-NMR}$ senyawa hasil isolasi

Pergeseran kimia pada daerah δ 1,25 ppm terdapat puncak singlet dengan intensitas yang tinggi dari proton CH_3 yang belum dapat dipastikan jumlahnya. Dan pergeseran kimia pada daerah 1,38-2,35 ppm terdapat puncak multiplet dari proton CH dan CH_2 yang kemungkinan menunjukkan adanya proton CH dan CH_2 yang membentuk cincin alifatik dari piperidin. Hal ini didukung oleh pola serapan pada spektrum IR pada bilangan gelombang $2933,19\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya vibrasi ulur C-H dan pada bilangan gelombang $1448,25$ dan $1424,24\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya vibrasi regang CH_2 dan CH_3 .

Berdasarkan data-data spektrum FT-IR dan spektrum $^1\text{H-NMR}$ khususnya dengan adanya serapan gugus NH yang merupakan ciri dari senyawa alkaloid

maka diduga bahwa daun sidaguri (*Sida rhombifolia* L.) mengandung senyawa metabolit sekunder yaitu senyawa alkaloid.

D. KESIMPULAN

1. Hasil isolasi yang diperoleh dari 1 kg daun sidaguri (*Sida rhombifolia* L.) adalah padatan kecoklatan sebanyak 59 mg.
2. Berdasarkan uji skrining fitokimia dan analisis spektrum FT-IR dan spektrum $^1\text{H-NMR}$ maka disimpulkan bahwa senyawa hasil isolasi adalah senyawa alkaloid.

DAFTAR PUSTAKA

1. Achmad, S.A, 2000, Pemberdayaan Sumber Alam Hayati, Workshop Pengembangan Sumber Daya Alam Manusia Dalam Bidang Kimia Organik Bahan Alam Hayati, Padang.
2. Anonim, 1989, Direktorat Pengawasan Obat Tradisional, Departemen Kesehatan, Jakarta.
3. Chamberlain, N.F., 1974, The Practise of NMR Spectroscopy with Spectra-Structure Correlation for Hidrogen, Plenum Press, New York.
4. Dalimarta, S., 2003, Atlas Tumbuhan Obat Indonesia, Jilid ke-2, Cetakan ke-1, swadaya, Jakarta.
5. Handa, S.S., Rakesh, D.D. and Vasisht, K., 2006, Medicinal and Aromatic Plants, Vol II, United Nations Industrial Development Organization and The International Centre for science and High technology, Italy, 56-63.
6. Jacobs, T.L., 1974, Laboratory Practice Organic Chemistry, Fifth Edition, MacMillan Publishing Co.Inc, New York.
7. Marek,R., Grycova,L., Dostal,J., 2007, Quaternary Protoberberine Alkaloids, Phytochemistry 68, 150-175.
8. Markham, K.R, 1988, Cara Mengidentifikasi Flavonoid, a.b. Padmawinata.K, Institut Teknologi Bandung, Bandung.
9. Sastrohamidjojo, H., 1994, Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti, Liberty, Yogyakarta.
10. Soetarno, S., dan Soediro, I.S., 1997, Standarisasi Mutu Simplisia dan Ekstrak Bahan Obat Tradisional, Presidium temu Ilmiah Nasional Bidang Farmasi.
11. Wink, M., 2003, Evolution of Secondary Metabolites from an Ecological and Molecular Phylogenetic Perspective, Phytochemistry 64, 3-19.